

[3] Ф о м и н Н.В. К вопросу об остаточном поверхностном сопротивлении ВТСП керамик. Материалы 2-й Всесоюзной конференции по высокотемпературной сверхпроводимости. Киев, 1989.

Физико-технический институт
им. А.Ф. Иоффе
АН СССР
Ленинград

Поступило в Редакцию
15 мая 1989 г.

Письма в ЖТФ, том 15, вып. 16
05.4

26 августа 1989 г.

ПЛАНАРНЫЕ ДЕФЕКТЫ И ЗЕРНОГРАНИЧНЫЕ ДИСКЛИНАЦИИ В СВЕРХПРОВОДЯЩЕМ СОЕДИНЕНИИ $YBaCuO$

Е.В. С а д а н о в, В.А. К с е н о ф о н т о в

Открытие явления высокотемпературной сверхпроводимости в материалах с решеткой перовскита вызвало большой интерес к исследованиям совершенной и дефектной структуры этих соединений. Структурные исследования выполнялись в основном методами рентгеноструктурного анализа и электронной микроскопии. К настоящему времени появились работы, использующие для изучения атомной структуры высокотемпературных сверхпроводников методику полевой ионной микроскопии и масс-спектрометрии [1-4]. В различных изображающих газах были получены ионно-микроскопические изображения сверхпроводников удовлетворительного качества и определен состав спектров полевого испарения. Следует особо отметить работу [4], где успех в получении изображения был достигнут благодаря использованию в качестве изображающего газа азота, считавшегося ранее не пригодным для этой цели. В настоящем сообщении приведены экспериментальные данные по дефектной структуре керамических сверхпроводников.

М е т о д и к а э к с п е р и м е н т а

Материалом для исследования служил керамический сверхпроводник $YBa_2Cu_3O_{7-x}$, полученный по стандартной технологии из исходных материалов. Цилиндрические заготовки диаметром $\phi = 1$ мм и длиной $l = 10$ мм механически вырезались из массовых прессованных таблеток. Острые образцы изготавливались электрохимическим способом в 5-15 % растворе соляной кислоты в диэтиленгликоле с последующей промывкой в этиловом спирте. Электро травление осуществлялось постоянным током при напряжении 30-40 В в сильно охлажденном электролите. Сначала электролит

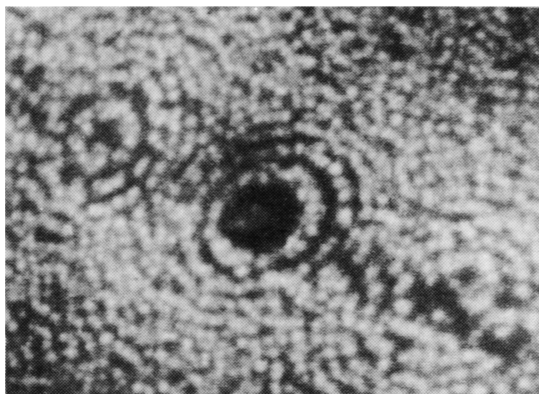


Рис. 1. Серия низкоиндексных граней, наблюдаемых на ионно-микроскопических изображениях соединения $YBa_2Cu_3O_{7-x}$.

охлаждался до температуры затвердения, а затем по мере отогрева и уменьшения вязкости использовался как травитель. Радиус вершины острых образцов, полученных данным способом, был менее 100 нм. Окончательное формирование поверхности производилось в полевом ионном микроскопе. Изображающим газом служил азот при давлении $\sim 10^{-2}$ Па. Температура образцов была 63 К.

Результаты и обсуждения

Были получены ионные изображения решетки $YBa_2Cu_3O_{7-x}$, на которых прорабатывались низкоиндексные грани с сериями атомных ступенек (рис. 1), а также атомные плоскости $\{001\}$. В случае, если эти плоскости выходили под большими углами к поверхности, они наблюдались на изображении в виде практически прямолинейных параллельных рядов. Следует отметить, что при этом выход плоскостей на поверхность не образует ярко выраженных атомных ступенек. В соответствии с результатами машинного моделирования, проведенного в работах [2, 4], полученное изображение более всего соответствует решетке, проявляемой только иттриевыми атомами.

В 40 % образцов были зарегистрированы планарные дефекты типа межзеренных границ, обнаруживаемые на изображениях по ярким эмиссионным полосам. Полосы наблюдались в местах излома на поверхности атомных ступенек грани $\{001\}$. Наличие излома ступенек указывает на существование разориентации между участками кристалла, разделенными планарными дефектами.

Наблюдаемый повышенный эмиссионный контраст на изломе может быть объяснен с позиции формирования зернограничных полюс контраста, когда наиболее устойчивыми к полевому испарению оказываются приграничные атомы, располагающиеся на изломе

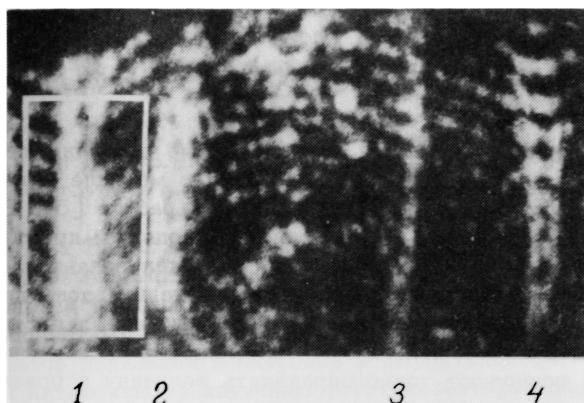


Рис. 2. Ионно-микроскопическое изображение керамического сверхпроводника с планарными дефектами.

ступеньки и имеющие более высокие поверхностные координатные числа.

На рис. 2 приведено ионно-микроскопическое изображение с несколькими параллельными планарными дефектами. В процессе полевого испарения общий вид картины сохранялся на протяжении нескольких десятков атомных слоев. С учетом геометрии поверхности образца величина излома ступенек на линии дефектов коррелирует с углом разориентации. Наблюдаемое плавное изменение величины излома вдоль всех планарных дефектов может являться следствием сферичности поверхности образца при сохранении угла разориентации. Как видно на изображении, углы разориентации планарных дефектов существенно отличаются. Оценка максимального среди обнаруженных дефектов угла дает величину в несколько десятков градусов. У отдельных планарных дефектов существенно варьируется толщина, достигая значений 4 ± 2 нм. Максимальная толщина наблюдается у планарного дефекта 3, который, по-видимому, можно рассматривать как монослойный. Широкие многослойные дефекты обнаруживают более сложное строение и даже расщепление на отдельные границы, как например дефект 4. Прямая связь между толщиной планарных дефектов и величиной излома атомных ступенек не выявляется.

Анализ углов разориентации вдоль планарных дефектов обнаруживает у дефектов 1 и 4 резкие локальные изменения углов стыковки атомных ступенек. Эффект наблюдается на некоторых участках планарных дефектов, ограниченных на изображении (рис. 2) рамкой. Схема одного из этих участков, демонстрирующая характер изменения изломов, приведена на рис. 3. В связи с тем что форма поверхности на этих участках изменяется плавно и отсутствуют поверхностные ямки, резкие изменения величины изломов могут быть следствием существования в этой области двух дисклинаций в дипольной конфигурации, лежащих в плоскости планарных дефектов.

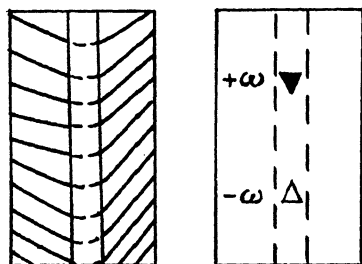


Рис. 3. Схема участка планарного дефекта, содержащего дисклинации разных знаков.

Аналогичные дисклинации на границах зерен в металле были зарегистрированы в работе [5]. Выявленные в сверхпроводящем кристалле дисклинации локализованы и имеют

размер области резкого изменения разориентации вдоль планарного дефекта 3–4 нм. Высокая локализация обнаруженных дисклинаций и малая площадь поверхности, где проявляются искажения атомных ступенек, не позволяют точно определить величину и ориентацию векторов ротации этих дефектов.

Таким образом, в кристаллической структуре высокотемпературных сверхпроводников $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ обнаружены планарные дефекты, разделяющие различно ориентированные области кристалла, а также линейные зернограницные дефекты ротационного типа, являющиеся центрами упругого возмущения решетки. Оба вида дефектов могут оказывать существенное влияние на электрические свойства сверхпроводящих материалов, поэтому требуют дальнейшего исследования.

Авторы выражают глубокую признательность Б.Г. Лазареву и И.М. Михайловскому за полезные обсуждения результатов работы.

С п и с о к л и т е р а т у р ы

- [1] K e l l o g g G.L., B r e n n e r S.S. // Appl. Phys. Lett. 1987. V. 51. N 22. P. 1851-1853.
- [2] M e l m e d A.J., S h u l l i R.D., C h i a n g C.K., F o w l e r H.A. // Science. 1988. V. 239. N4836. P.176-177.
- [3] C e r e z o A., G r o v e n o r C.R.M., H o y l e R.M., S m i t h G.D.W. // Appl. Phys. Lett. 1988. V. 52. N 12. P. 1020-1022.
- [4] М е с я ц Г.А., С ю т к и н Н.Н., И в ч е н к о В.А., Т а л а н ц е в Е.Ф. // Письма в ЖТФ. 1988. Т. 14. В. 16. С. 1504-1507.
- [5] М и х а й л о в с к и й И.М. // ФТТ. 1984. Т. 26. С. 842-844.

Харьковский физико-технический институт АН УССР

Поступило в Редакцию
22 марта 1989 г.